

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6151138号
(P6151138)

(45) 発行日 平成29年6月21日(2017.6.21)

(24) 登録日 平成29年6月2日(2017.6.2)

(51) Int. Cl.	F I	
HO 1 J 37/26 (2006.01)	HO 1 J 37/26	
HO 1 J 37/252 (2006.01)	HO 1 J 37/252	A
HO 1 J 37/28 (2006.01)	HO 1 J 37/28	C
HO 1 J 37/22 (2006.01)	HO 1 J 37/22	5 O 1 Z
GO 1 N 23/04 (2006.01)	HO 1 J 37/22	5 O 1 D
請求項の数 8 (全 15 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号	特願2013-188123 (P2013-188123)	(73) 特許権者	501233536
(22) 出願日	平成25年9月11日(2013.9.11)		エフ イー アイ カンパニ
(65) 公開番号	特開2014-56820 (P2014-56820A)		FEI COMPANY
(43) 公開日	平成26年3月27日(2014.3.27)		アメリカ合衆国 オレゴン 97124-
審査請求日	平成28年9月8日(2016.9.8)		5793 ヒルズボロ ドーソン・クリー
(31) 優先権主張番号	12184099.5		ク・ドライブ 5350 エヌイー
(32) 優先日	平成24年9月12日(2012.9.12)		7451 NW Evergreen P
(33) 優先権主張国	欧州特許庁 (EP)		arkway, Hillsboro,
早期審査対象出願		(74) 代理人	100107766
			弁理士 伊東 忠重
		(74) 代理人	100070150
			弁理士 伊東 忠彦
		(74) 代理人	100091214
			弁理士 大貫 進介
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 荷電粒子顕微鏡内において試料の断層撮像を実行する方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

荷電粒子顕微鏡内において試料の断層撮像を実行する方法であって：

荷電粒子のビームを提供する段階；

前記ビームに対して傾斜させることが可能な試料ホルダに前記試料を提供する段階；

前記試料を通り抜けて、像検出器で前記試料の像を生成するように前記ビームを導く段階；

第1組の試料傾斜の各々において対応する像の組を取得するように前記ビームを導く段階を反復することにより、画像サイノグラムを生成する段階；

前記組からの複数の像を数学的に合成することで複合像を構築する段階；

を有し、当該方法は、

第2組の試料傾斜を選択する段階；

前記第2組の試料傾斜の各々で、スペクトル検出器を用いて前記試料のスペクトルマップを収集し、スペクトルマップの一団を取得する段階；

前記スペクトルマップを解析し、前記試料に関する組成データを導出することにより、元素サイノグラムを生成する段階；前記画像サイノグラムのうちの少なくとも幾つかの要素と前記元素サイノグラムのうちの少なくとも幾つかの要素とを含むハイブリッドサイノグラムを構築する段階；数学的再構築アルゴリズムにおいて前記ハイブリッドサイノグラムを利用して前記複合像を構築する段階；

10

20

を有することを特徴とする方法。

【請求項 2】

前記スペクトルマップの生成は、エネルギー分散 X 線分光と電子エネルギー損失分光を含む群から選ばれる手法によって実行され、かつ、

前記荷電粒子顕微鏡は S T E M である、

請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記手法は E D X で、かつ、

前記スペクトル検出器は、試料ホルダの周りに設けられる複数の検出ユニットを有する

、

請求項 2 に記載の方法。

【請求項 4】

当該荷電粒子顕微鏡が、エネルギーがフィルタリングされた透過型電子顕微鏡である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 5】

当該荷電粒子顕微鏡が陽子顕微鏡で、かつ、

前記スペクトルマップの生成は、陽子誘起 X 線放出法を用いて実行される、

請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

前記像検出器と前記スペクトル検出器が、前記第 1 組の試料傾斜と前記第 2 組の試料傾斜のいずれにも共通する少なくとも 1 つの試料傾斜について同時に動作する、請求項 1 乃至 5 のうちいずれか一項記載の方法。

【請求項 7】

前記像の組の取得の際に用いられる異なる試料傾斜の数が、前記スペクトルマップの解析に基づいて選ばれる、請求項 1 乃至 6 のうちいずれか一項記載の方法。

【請求項 8】

荷電粒子ビームを生成する荷電粒子源、

試料の保持及び配置のための試料ホルダ、

前記試料を通り抜けるように前記ビームを導いて前記試料の像を生成する荷電粒子レンズ系、

前記像を検出する像検出器、

前記試料のスペクトルを検出するスペクトル検出器、

を有し、請求項 1 乃至 7 のうちいずれか一項記載の方法を実行するように構成されている、荷電粒子顕微鏡。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、荷電粒子顕微鏡内において試料の断層撮像を実行する方法に関する。当該方法は、

- 荷電粒子ビームを供する段階、
 - 前記ビームに対して傾斜可能な試料ホルダ上に前記試料を供する段階、
 - 前記試料を通り抜けて、像検出器で前記試料の像を生成するように前記ビームを導く段階、
 - 第1組の試料の傾斜の各々にて前記ビームを導く段階を繰り返して、前記第1組の試料の傾斜の各々に対応する像の組を取得する段階、
 - 前記組からの複数の像を数学的に合成することで複合像を構築する段階、
- を有する。

【0002】

本発明はまた荷電粒子顕微鏡にも関する。当該荷電粒子顕微鏡は、

- 荷電粒子ビームを生成する荷電粒子源、

10

20

30

40

50

- 試料の保持及び位置設定を行う試料ホルダ、
 - 前記試料を通り抜けるように前記ビームを導いて前記試料の像を生成する荷電粒子レンズ系、
 - 前記像を検出する像検出器、
 - 前記試料のスペクトルを検出するスペクトル検出器、
- を有する。

【背景技術】

【0003】

簡明さと一貫性を保証するため、本願において用いられている以下の語句は、次のように解されなければならない。

【0004】

- 「荷電粒子」という語は、電子又はイオンを指称する（一般的には、たとえばガリウムイオン又はヘリウムイオンのような正のイオンだが、負イオンも可能である。問題のイオンは電荷を有する原子又は分子であって良い）。この語はまたたとえば陽子をも指称して良い。

【0005】

- 「荷電粒子顕微鏡(CPM)」という語は、一般に裸眼で満足できるように詳細を見るには小さすぎる対象物、特徴部位、又は部材の拡大像を生成するのに用いられる装置を指称する。撮像機能を有することに加えて、係る装置はまた、加工機能をも有して良い。たとえば係る装置は、試料から材料を除去すること（「ミリング」又は「アブレーション」）により、又は前記試料に材料を加えること（「堆積」）により、前記試料を局部的に改質するのに用いられて良い。前記撮像機能及び加工機能は、同一種類の荷電粒子によって供されても良いし、又は、異なる種類の荷電粒子によって供されても良い。たとえば集束イオンビーム(FIB)顕微鏡は、加工目的で（集束された）イオンビームを用い、かつ撮像目的で電子ビームを用いる（所謂「デュアルビーム」顕微鏡たとえばFIB-SEM）。あるいはFIB顕微鏡は、相対的に高いエネルギーのイオンビームによって加工を行い、かつ、相対的に低いエネルギーのイオンビームによって撮像を行って良い。

【0006】

- 「試料ホルダ」という語は、上に試料載置して所定の位置に保持することが可能な任意の種類テーブル、載せ台、アーム等を指称する。一般的には当該試料ホルダは、ステージ集合体に含まれる。前記ステージ集合体によって、当該試料ホルダは、たとえば電気アクチュエータによって、複数の自由度で正確に位置設定されうる。

【0007】

- 「荷電粒子レンズ系」という語は、荷電粒子ビームを操作することで、その荷電粒子ビームをある程度集束若しくは偏向させ、たとえば、かつ/又はその荷電粒子ビーム内の収差を緩和するのに用いることのできる1つ以上の静電レンズ及び/又は磁気レンズからなる系を指称する。（様々な種類の）従来のレンズ素子に加えて、荷電粒子レンズ系（粒子光学鏡筒）はまた、偏向器、非点収差補正装置、多極子、開口（瞳）板等の素子をも有して良い。

【0008】

- 「試料のそれぞれ異なる傾斜の組」とは、様々な形態をとって良い。具体的には、そのような組に属する連続する傾斜値の増分は、等しくても良いし等しくなくても良い。傾斜の増分が等しくない場合の例にはEST(Equally Sloped Tomography)と所謂Saxton傾斜増大法が含まれる。ESTでは、傾斜（傾斜の正弦）が等しく増大する。Saxton傾斜増大法では、（試料表面に対して測定される）傾斜値の1回の増分は小さくされる。荷電粒子ビームと試料表面とのなす角（仰角）を参照することに加えて、「傾斜」とは、方位角（つまり試料と交差する粒子光学軸の周りでの試料の回転位置）をも指称しうる。よって傾斜値の変化は、（たとえば所謂「二軸」、「多軸」、及び「錐体傾斜」の断層撮像の場合）この軸の周りでの試料の1つ以上の離散的な回転を含んで良い。傾斜の組における増分の数は一般的に任意である。

10

20

30

40

50

【0009】

そのような基本概念は当業者にはよく知られている。

【0010】

以降では、例示として、電子顕微鏡の特定の状況で本発明を説明する。しかしそのような単純化は、単に簡明を期すため/例示目的を意図したものでしかなく、限定と解されてはならない。

【0011】

電子顕微鏡は、ミクロな対象物を撮像する周知の技術である。電子顕微鏡の基本概念は、たとえば透過型電子顕微鏡(TEM)、走査型電子顕微鏡(SEM)、及び走査型透過電子顕微鏡(STEM)のような多数の種類の種類周知装置、並びに、たとえば「デュアルビーム」装置(さらに「加工用」イオンビームを用いることで、たとえばイオンビームミリング又はイオンビーム誘起堆積の支援を可能にする)様々な改良装置に進化してきた。従来の電子顕微鏡では、撮像ビームは、所与の撮像期間中での所定時間「オン」状態である。しかし、比較的短い電子の「フラッシュ」又は「バースト」に基づいて撮像する電子顕微鏡もまた利用可能である。そのような方法は、たとえば動く試料又は放射感受性を有する試料の撮像を試みるときに利点となる可能性を秘めている。STEMは専用装置であって良いし、又は、所謂「走査モード」(たとえばある(専用)偏向器/検出器/ソフトウェアの利用によって可能となる)TEMであっても良いことに留意して欲しい。

10

【0012】

本発明はCPMに関連する。CPMでは、たとえばTEM又はSTEMであれば、使用された荷電粒子ビームが試料を通過する。ビームを(十分)透過させるためには、試料は相対的に薄く(含まれる材料に依存してたとえば $0.1\mu\text{m}$ ~数 μm)なければならない、かつ、使用れる荷電粒子は一般的に相対的に高いエネルギー(たとえば約 $1\sim 500\text{keV}$ のオーダー又はMeV範囲のオーダーのエネルギー)にまで加速される。そのような薄い試料の準備、搬送、及び保管には、かなりの技術的な課題が生じる。特に柔らかい試料(たとえば生体試料)及び/又は脆性試料(たとえば結晶材料を含む試料)の場合はかなりの技術的な課題が伴う。しかしこれらの課題は現時点でも困難だが、たとえば半導体製造、鉱物学、及び微生物学での技術が進歩することで、さらに薄い試料を調査する必要に迫られることは不可避であるため、上記の課題は、近い将来さらに困難になる。今後5年の半導体ロードマップは、新たな技術及びデバイス(たとえば所謂FinFET、トリゲートトランジスタ、積層メモリ、ナノワイヤ等)がより顕著な特性を獲得し始めることで、集積回路における限界寸法(の一部)が 28nm から 10nm 以下にまで減少することを予測している。係る構造で満足行く透過顕微鏡観察を実行するには、 10nm 以下のオーダーの厚さの試料が通常は必要となると考えられる。そのような 10nm 以下のオーダーの厚さの試料が必要になる理由は、ICは一般的に係る構造の層の積層体を有し、その構造が小さくなることで、その構造の層も薄くなるので、その構造の1層だけが可視化されることを保証するためである。そのような厚さの試料の生成及び処理には、かなりの問題が伴う。

20

30

【0013】

非常に薄い試料の使用に代わりに、厚い試料での断層透過顕微鏡観察を実行することが考えられ得る。この方法では、使用される試料は相対的に厚いので、試料を透過する荷電粒子は、試料内部での様々な深さからのコントラスト情報を含む。そのため得られる像には、その深さ情報でコンポリューションが行われる。この像のデコンポリューションを行うため、試料中での前方の部位と後方の部位との区別をつけることを可能にするように、視差のデータが何らかの形式で必要とされる。係る視差のデータは、入射荷電粒子ビームに対する様々な傾斜で試料を結像することによって与えられ得る。このことは、様々な視線に沿って試料を観察することに等しい。この傾斜を変化させた像の組を深さ分解された複合像となるようにデコンポリューションするため、相対的に高度な数学的処理が必要とされる。そのような処理は一般的に難しく、かつ(非常に)時間がかかる。最初の場所で像の組を取得するのにかなり長い時間が必要とされる(典型的な断層撮像処理では、たとえば100のオーダーの異なる値を用いることが必要になると考えられる)ことに加えて、

40

50

上記のことを考慮すると、断層撮像法は魅力のないものに思えてくる。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0014】

【特許文献1】米国特許出願公開第2011/0278451A1号明細書

【特許文献2】米国特許第8080791号明細書

【非特許文献】

【0015】

【非特許文献1】P. Gilbert、Journal of Theoretical Biology誌、第36巻、1972年、pp.105 - 117

10

【非特許文献2】A.C. Kak and Malcolm Slaney、Principles of Computerized Tomographic Imaging誌、1999年

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0016】

本発明の目的はこれらの問題を解決することである。より詳細には、本発明の目的は、相対的に薄い構造を有する試料での透過型荷電粒子顕微鏡観察をより効率的に実行することである。具体的に本発明の目的は、例外的に薄い試料の準備を必要としない方法を提供することである。しかも本発明の目的は、従来よりも迅速及び/又は正確な透過型顕微鏡観察を実行する方法を提供することである。

20

【課題を解決するための手段】

【0017】

上記及び他の目的は、「技術分野」で述べた方法によって実現される。当該方法は、

- 第2組の試料の傾斜を選択する段階、前記第2組の試料の傾斜の各々で、スペクトル検出器を用いて前記試料のスペクトルマップを収集することで、スペクトルマップの一団を取得する段階、
- 前記スペクトルマップを解析することで前記試料に関する組成データを得る段階、及び、
- 前記複合像を構築する際に前記組成データを利用する段階、

を有することを特徴とする。

30

【0018】

本願明細書において用いられる語句については、以下のことに留意して欲しい。

- 前記第2組の試料の傾斜(S_2)は、前記第1組の試料の傾斜(S_1)と同一であっても良いし、又は異なっても良い。 S_2 は S_1 の部分集合であっても良い。 S_2 の構成要素は(部分的に) S_1 の構成要素と交互に配されて良い。 S_2 の厳密な形式及びサイズは任意で、かつ、具体的な測定の設定及び/又は測定処理に合わせて調節されて良い。
- 「スペクトルマップ」は、試料の「マップ」を指称するものと解されなければならない。前記試料の「マップ」では、測定された一部の組成依存するスペクトルが、前記試料上での座標位置の関数として表されている。
- 像の生成とスペクトルマップの取得は同時に行われても良いし、又は、順次(たとえば交互に)行われても良い。同時にスペクトル/像の検出を行う(つまり S_1 と S_2 の両方における各傾斜値について、像の取得とスペクトルマップの取得を同時に行う)ことは、スルーットの観点では有利である。
- 粒子ビームが試料を通過する結果としてその試料の像が生成されるという事実は、像の生成を、透過粒子の利用に限定しない。代替として/補助的にたとえば散乱放射線を用いて像が生成されても良い。

40

【0019】

本発明による方法は、既知の透過電子顕微鏡による断層撮像とは異なる。その違いとは、所望の複合像を構築するのに必要とされる数学的处理(デコンボリューション)が、(傾斜の異なる)複数の像の組からのコントラスト情報と、そのスペクトルマップの一団か

50

らの組成情報の両方を用いることである。この基礎となる考え方は、試料の組成マップを生成することが可能となることによって、様々な組成の領域間の境界/遷移領域の位置と形状を得ることが可能となる。領域の組成は一般的に、その領域の使用されている荷電粒子ビームに対する透過率に影響を及ぼすので、係る境界/遷移領域もまた、像の組におけるコントラスト部位として現れる。従って、前記スペクトルマップの組からの組成情報は、数学的処理への新たな(豊富な)入力を構成する。数学的デコンボリューション処理に利用可能な多くのデータが存在するので、データ取得中に用いられる傾斜値の選択数を減少させることが可能となる。それにより、数学的処理の速度(及び得られる情報の性質)が改善するだけでなく、データ取得期間が短くなる。この後者の効果は、対応する像の生成と同時に実行されうる「同時」スペクトル検出法の場合において特に顕著になりうる。換言すると、スペクトル検出器と像検出器は、順次ではなく同時に動作しうる。この態様は、後述するより多くの関心を受ける。

10

【0020】

本発明による方法の特別な実施例では、前記スペクトルマップの組の取得は、EDX(エネルギー分散X線分光。EDSとも呼ばれる)とEELS(電子エネルギー損失分光)からなる群から選ばれる方法によって実行される。荷電粒子顕微鏡はSTEMである。STEMは、透過型の顕微鏡である点でTEMと似ているが、試料全体にわたって相対的に狭い荷電粒子ビームを走査させることによって像を構築する点ではSEMと似ている。この動作態様は、EDX又はEELSのような方法との併用に適している。この理由は、これらの方法が、所与の点で荷電粒子の入射ビームを捕らえる「衝突領域」全体の、ある期間中の累積的スペクトルを与えるからである。従って空間分解スペクトルマップを生成するため、試料全体にわたって狭いビームを走査させ、その結果得られる小さな衝突領域のアレイに係るそれぞれのスペクトルを「一つにする」ことが最善である。EDX及びEELS法は、以下のような組成情報を与える。

20

- EDX:ここでは試料には、狭い/集束した荷電粒子(たとえば電子)の入射ビームが照射される。試料の原子内の低殻電子は、これらの入射粒子の1つとの衝突によってその軌道から放出されうる。その結果、問題の原子内には電子の穴が生成され、その穴は、その原子での高殻電子の緩和によって瞬時に埋められる。それと同時にX線光子としてエネルギー量子が放出される。このようにして放出される光子のエネルギー特性/分布は、問題の原子の特定の電子殻構造に固有であり、かつ、試料の組成分析を実行する際の「指紋」として用いられ得る。エネルギー分散分光検出器は、各異なるエネルギーの光子を収集、分類、及び計数する。その結果、入射ビームが導かれた試料の領域の測定スペクトルが生成される。係るスペクトルは、チャンネル数(横軸)に対するチャンネル毎のカウント数(縦軸)のグラフとして表されうる。そのグラフは、エネルギーに対する強度に対応し、かつ、一般的には様々なピークを有する。その様々なピークのエネルギーは、生成される物質(元素)を特定するのに用いられ得る。その様々なピークの高さは(原則的に)、生成される物質の相対量を推定するのに用いられ得る。試料及び/又はビームを動かして、そのビームをその試料上の新たな衝突領域へ導き、その後前記新たな衝突領域で上述の処理を繰り返す。EDXが検出されたX線に基づいてスペクトル解析を実行するので、EDXは、荷電粒子(たとえば電子)に基づく像生成と同時に実行されて良い。よってEDXは、上述の「同時」スペクトル検出の一例を構成する。本願明細書で用いられているように、EDXという語句は、所謂波長分散X線分光(WDX又はWDS)を含むと解されなければならない。試料から放出されるX線を(特定の種類の結晶の助けを借りて)フィルタリングして、この方法は、所与の時間での所与の波長のX線のみ計数する点で、所与の波長のX線EDXを特別精緻にしたものとみなすこともできる。

30

40

- EELS:ここでは、試料には、所与の入射エネルギーを有する狭い/集束した入射電子ビームが照射される。これらの電子の一部は、試料中で非弾性散乱を起こすことで、エネルギーを失う。このエネルギー損失の大きさは、電子分光計を用いることによって測定されうる。前記電子分光計内では、試料から放出される電子は、その電子の経路を検出器へ向かうように曲げる電磁場を通過する。電子の経路が曲げられる大きさ(ひいては検出器

50

への到達位置)は、電子のエネルギー及び試料で起こるエネルギー損失に依存する。前記エネルギー損失には様々な原因(たとえばフォノンとプラズモンの励起、原子のバンド間遷移又はバンド内遷移、及び、チェレンコフ放射線の生成)があるが、最も重要な原因は、EELSに関しては、原子の内殻電離である。原子の内殻電離は、入射ビームが衝突する試料の領域の元素成分を得るのに特に有用である。一旦EELSが試料上の所与の衝突領域で実行されると、試料及び/又はビームが動かされることで、そのビームはその試料上の新たな衝突領域へ導かれ、その後前記新たな衝突領域で上述の処理が繰り返される。EELSが上述した「同時」スペクトル検出法を構成するようにCPM内でEELSを実行することが可能である。その場合、像の生成は、所謂環状暗視野(ADF)検出器を用いることによって実行される。ADF検出器は、試料からの(周辺の)散乱電子を収集する。それにより、試料を透過した電子は、EELS検出器によって利用可能となる。代替的(又は補助的)な場合には、明視野像が、実質的なエネルギー損失も散乱も起こすことなく試料を通過する電子の一部を収集/登録することによって生成される。係る方法の詳細は特許文献1に記載されている(以降の図3にも記載されている)。

10

【0021】

当業者は、これらの方法に対する基本的な親和性を有している。しかし複合像を数学的に構築することの支援手段としての断層撮像透過型電子顕微鏡での応用は、かなり革新的である。

【0022】

前段落で述べた実施例の特別な精緻型では、用いられた方法はEDXで、かつ、スペクトル検出器は、試料ホルダの周りに設けられる複数の検出ユニットを有する。EDXスペクトルの蓄積は相対的に遅い過程である。その理由は、EDX検出器は一般的には、相対的に小さな検出断面積(試料に対する検出器開口角)しか有しておらず、かつ、検出されたX線束は相対的に弱いため、相対的に長い蓄積時間が必要となるからである。試料台の周りで空間分布を構成するように複数(たとえば4つ以上)の検出器を設けることによって、X線束に対して与えられる累積的検出断面積が増大するので、必要な蓄積時間が減少する。その結果、EDX測定は、STEMでの像の登録と共に「リアルタイムで」実行される。つまりEDXはもはや、STEMを遅らせるタイミング上の障害とはならない。多検出器EDXの構成secはたとえば特許文献2に記載されている。

20

【0023】

本発明による方法の代替実施例では、使用されたCPMはEFTEM(エネルギーがフィルタリングされた透過型電子顕微鏡)である。上述したように、TEM内で試料を通り抜ける電子は概して、ある範囲のエネルギーで飛び出す。EFTEMでは、これらの電子のうち相対的に狭いバンドの電子だけが、(所与の時間での)像を生成するのに用いられる。そのような様々なエネルギーバンドで像を生成することによって、試料全体のエネルギー分解された複数の像の組を取得することが可能となる。上述したように、選ばれたエネルギーバンドの各々は、試料中の特定の材料の原子構造に関連付けられるので、登録された像の各々もまた、試料のスペクトルマップとしてみなされ、かつ、係る像の組は同時にスペクトルマップの一回である。よってこれは、上述の「同時」スペクトル検出の例である。

30

【0024】

ここまで与えられてきた様々な例が電子顕微鏡を含んでいたとしても、上述したように、本発明は、電子以外の荷電粒子を含むと解されることに留意して欲しい。たとえば本発明による方法の具体的実施例では、使用されたCPMは陽子顕微鏡で、かつ、前記スペクトルマップの取得は、PIXE(陽子誘起X線放出)法を用いて実行される。PIXEに関しては、<http://en.wikipedia.org/wiki/PIXE>を参照のこと。

40

【0025】

本発明による方法において取得及び用いられる組成情報は様々な方法によって処理されて良い。係る処理のある態様について詳述する。

[元素マップの作成]

上述したように、本発明による方法は、(様々な試料傾斜値での)スペクトルマップの

50

一団を取得する。これは、スペクトルマップのグリッド中での全ての画素にわたって繰り返される処理を用いることによって実現される。各画素では、その画素で取得されたスペクトルが、特定の（事前に選ばれた）元素（たとえばSi, Cu等）の存在を確認するために解析される。これは、スペクトルデコンボリューションアルゴリズムを用いることによって行われる。基本的にはすべての元素のスペクトルは周知である。つまり、各元素について、その元素が存在した場合にのみどのピークが生じるのかは既に分かっている。測定されるスペクトルは、未知の数の元素のコンボリューションである。しかしある複数の元素が選ばれた場合、これらは、これらの存在する量の比は、生のスペクトルからデコンボリューションにより得られて良い。このようにして、特定の元素/組成「ラベル」が、対応する元素マップの各画素に付されて良い。この方法のさらなる情報については、<http://microanalyst.mikroanalytik.de/info2.phtml>を参照のこと。

10

[複合像へのサイノグラムの変換]

断層撮像では、対象物の複数の角度投影の組はサイノグラムと呼ばれる。本発明は、基本的な像のサイノグラム（様々な試料傾斜での像の組）と補助的な元素のサイノグラム（前述の処理の結果得られる元素マップの一団）を取得する。従来「再構成」と呼ばれる処理では、これらのサイノグラム（又は像のサイノグラムと元素のサイノグラムの各々からの一部の構成要素で構成される「ハイブリッド」サイノグラム）の各々は、様々な既知の数学的方法を用いることによって処理され、かつ、対応する複合像へ変換されて良い。係る数学的方法とはたとえば、

- SIRT（同時反復再構成法）（たとえば非特許文献1とhttp://www.vcipt.org/pdfs/wcipt1/s2_1.pdfを参照して欲しい）

20

- DART（離散代数的再構成法）（たとえばhttp://en.wikipedia.org/wiki/Algebraic_reconstruction_techniqueと<http://www.emat.ua.ac.be/pdf/1701.pdf>を参照して欲しい）がある。

【0026】

より詳細な情報については、たとえば非特許文献2を参照して欲しい。

【0027】

特に非特許文献2の第3章（具体的には3.2と3.3）は、如何にしてフーリエスライスの定理が、再構成法の基礎として用いられ得るのかについて記載している。

【0028】

サイノグラム再構成の技術分野における他の周知語句/方法にはたとえば、WBP（重み付けされた逆投影）及びPOCS（凸射影法）が含まれる。当業者は、上記及び他の数学的再構成法も完全になじみがある。しかし対応する/相補的な元素サイノグラムと像のサイノグラムへの数学的再構成法の適用はかなり革新的である。

30

【0029】

本発明による方法の特別な実施例では、前記像の組の取得の際に用いられる多数の異なる試料傾斜がとりわけ、前記スペクトルマップの解析に基づいて選ばれる。係る実施例は多数の形態をとりうる。係る形態とはたとえば以下のようなものである。

- 反復法が用いられ得る。ここで第1測定を実行すると、本発明に係る方法は、所与の「標準的な」数の像の傾斜（たとえば（試料表面から測定して）-60°から1°ずつ+60°まで増やした121個の傾斜値）を用いることによって実行される。とりわけ（本発明によって供されるさらなるスペクトルマップデータを用いることによって）複合像が再構成されうる容易さに基づいて、特定の種類/カテゴリーの試料/調査にとって（大雑把に見て）最適と考えられる傾斜値の数が実現されるまで、次の反復実行において小さな数の傾斜値（たとえば25%少ない値）を用いるように選ぶことができる。この値は、同一種類/カテゴリーの将来の測定を実行するために用いられて良い。係る実施例は経験的方法を表す。

40

- あるいはその代わりにオンザフライ(on-the-fly)法が用いられても良い。オンザフライ法では、プロセッサは、取得された元素マップと像を検討し、事前に選ばれた基準を用いて、最初に選ばれた傾斜値の数を調節する。前記事前に選ばれた基準とはたとえば、観測された信号対雑音比、観測された端部の粗さ、観測された元素/材料の多様性、元素/

50

材料の分布パターン、観測された部位の規則性等である。

【図面の簡単な説明】

【0030】

【図1】本発明による方法が作用しうる荷電粒子顕微鏡(TEM)の一部の断面図を表している。

【図2】荷電粒子顕微鏡内でのEDX検出装置の一部の断面図を表している。

【図3】本発明による方法が作用しうるSTEMでのEELS検出器の構成の一部の断面図を表している。

【発明を実施するための形態】

【0031】

図1は、本発明による方法が実行可能な荷電粒子顕微鏡(TEM)の一部の断面図を表している。本願では、CPMはTEMである。

【0032】

図示されたTEMは、真空ポンプ122と接続する管121を介して排気される真空筐体120を有する。電子銃101として表されている粒子源は、粒子光学軸(結像軸)100に沿った電子ビームを生成する。電子銃101はたとえば、電界放出銃、ショットキーエミッタ、又は熱電子エミッタであって良い。粒子源101によって生成される電子は、典型的には80~300keVの調節可能なエネルギーにまで加速される(ただし、たとえば調節可能なエネルギーが50~500keVの電子を用いたTEMも知られている)。続いて加速された電子ビームは、プラチナのシート内に供されたビームを制限するアパーチャ/ダイアフラム103を通過する。電子ビームをアパーチャ103に対して適切に位置合わせするため、ビームは、偏向器102の助けを借りることで移動及び傾斜されて良い。それによりビームの中心部は、軸100に沿ってアパーチャ103を通過する。ビームの集束は、最終収束レンズ105(の一部)と共に、コンデンサシステムの磁気レンズ104を用いることによって実現される。偏向器(図示されていない)は、試料の関心領域上の中心に入射するようにビームを合わせる、及び/又は試料表面全体をビームで走査するのに用いられて良い。図1では、機能を表すため、偏向器102はCPM中で相対的に高い位置に図示されていて、かつ、最終収束レンズ105は相対的に小さく図示されている。しかし当業者は、偏向器102はCPM内ではるかに低い位置で(たとえばレンズ105内部で入れ子となっていて)良いこと、及び、最終収束レンズ105は図示されているよりもはるかに大きくて良いことをすぐに理解する。

【0033】

被検査試料は、投影系106の物体面111内に位置するように、試料ホルダ112によって保持される(投影系106の最上部のレンズ素子は従来対物レンズと呼ばれている)。試料ホルダ112は、様々な位置/運動の自由度(1つ以上の並進自由度、回転自由度、横方向の傾斜、縦方向の傾斜)を与え、かつ、温度制御機能(加熱又は冷却)をも有して良い。試料ホルダ112は、容器面内で静的な試料を保持する従来型の試料ホルダであって良い。あるいはその代わりに、試料ホルダ112は、水流又は他の溶液流を含むことのできる流れ面/チャンネル内に、動く試料を収容する特別な型であっても良い。

【0034】

試料は、投影系(投影レンズ系、投影鏡筒)106によって、蛍光スクリーン107上で結像され、かつ窓108を介して視認することができる。そのスクリーン上に生成された拡大像は典型的には、 $10^3 \sim 10^6$ 倍の倍率を有し、かつ、たとえば0.1mm以下の細部を示すことができる。蛍光スクリーン107は、蝶番109と接続し、かつ、投影系106によって生成される像が1次検出器151に衝突するように引っ込められて良い。そのような場合では、投影系106は、蛍光スクリーン107の代わりに1次検出器151上に像を生成するように(わずかに)再集束される必要があることに留意して欲しい。投影系106は概して、中間画像面(図示されていない)にて中間像をさらに生成することにも留意して欲しい。

【0035】

1次検出器151はたとえば、衝突する電子を検出する電荷結合素子(CCD)又はCMOS素子を有して良い。電子を検出する代替手法として、たとえばリットリウム・アルミニウム・ガ

10

20

30

40

50

ーネット(YAG)結晶(図示されていない)によって放出される光を検出するCCDが用いられても良い。このときYAG結晶はそのCCDと結合するか、又はそのCCDと光ファイバを介して接続される。そのような間接型の検出器では、YAG結晶は、電子がその結晶に衝突するときに、ある数の光子を放出し、かつ、これらの光子の一部はCCDカメラによって検出される。直接型の検出器では、電子はCCDの半導体チップに衝突して電子正孔対を生成することによって、そのCCDチップによって検出される電荷を生成する。検出器151は、処理装置(制御装置)及び表示装置(図示されていない)と接続される。

【0036】

蛍光スクリーン107上及び1次検出器151上に生成される像は概して、たとえば投影系106内で生成される不完全性に起因した収差を有する。係る収差を補正するため、様々な多重極が投影系106内/付近で用いられる。係る多重極は、図面の混乱を回避するため図示されていない。しかし当業者は、多重極の設計、位置設定、及び実装についてよく理解している。

10

【0037】

一部のTEMでは、光軸100から外れた方向に電子ビームを発散させて、EELS(電子エネルギー損失分光)検出器へ入射するように導くことが望ましい。そのような発散は、たとえば偏向器152の助けを借りることによって実現されて良い。

【0038】

図1は、(簡略化された)TEMを概略的に表しているだけであり、実際には、TEMは、より多くの偏向器、アパーチャ等を有していることに留意して欲しい。

20

【0039】

本願発明において、図示されたTEMにはスペクトル検出器も備えられている。係る場合、以下のように状況が区別されうる。

【0040】

(i) EFTEM: TEMがEFTEMとして用いられる場合、像検出器151は、上述したようにスペクトル検出器としての役割も果たす。係るCPMでは、エネルギー「フィルタ」が用いられる。このフィルタの目的は、どのエネルギー範囲の電子が所与の時間で検出器151へ収容されるのかを選ぶことである。このフィルタは、偏向コイル152によって概略的に表されている。偏向コイル152は、あるエネルギーの電子を「通過」させる一方で、他のエネルギーの電子を偏向させる。

30

【0041】

(ii) EDX: 代替(又は補助)例として、図示されたTEMは、スペクトル検出法としてEDXを利用できる。この点では、図2は、CPMにおいてこの目的のために用いられ得るEDX検出装置の断面を表している。部分的に図示されたCPM208は、荷電粒子レンズ(図示されていない)のポールピース206の下に位置する試料204と交差する粒子光学軸209を有する。図示されているように、2つのEDX検出器202は、試料204の互いに対向する2つの側部に設けられる。しかしこれは選択の問題である。代わりに、より多くの(たとえば4つの)検出器又は1つの検出器が用いられても良い。特定の実施例では、各検出器202の活性領域210は、試料204に対して約0.25ステラジアン(約15度)の立体角に對することが好ましい。各検出器202は、試料204の表面から(水平面を基準として)約50度未満の取り出し角でX線を検出することが好ましく、5度~35度の範囲の取り出し角でX線を検出することがより好ましい。そのような低い取り出し角は、後方散乱電子からの考えられ得る検出器の損傷を減らす。それと同時に、取得されたスペクトルにおいて相対的に低いレベルのバックグラウンド制動放射は維持され、かつ、試料周辺での利用可能な空間は大きくなる。上述したように、EDXがスペクトル検出に用いられるとき、図示されたTEMはSTEMモードで用いられて良い。

40

【0042】

(iii) EELS: 他の代替(補助)例として、図示されたTEMは、EELSをスペクトル検出法として用いることができる。この目的のため、偏向コイル152は、光軸100から離れた方向に(試料中を進行する)透過電子を、軸から外れたEELS検出器へ向かうように偏向させるのに用いられて良い。これは図1には図示されておらず、詳細が図3に図示されている。像

50

の検出については、様々な可能性が考えられ得る。そのような可能性とは以下のようなものである。

- 透過電子は、妨害されることなくコイル152を通り抜けて像検出器151へ向かうことが可能となる(図1参照)。そのような場合は、上述した「同時」スペクトル検出/像生成には適さない。

- あるいはその代わりに図3を参照すると、専用の暗視野検出器318及び/又は明視野検出器340を使用しても、「同時」スペクトル検出/像生成はできない。この実施例では、図3は、電子源302、照射系304、試料306、及び投影系308を有するSTEM300を図示している。ADF検出器の構成318と220は、散乱電子312を収集して、その散乱電子312を用いて暗視野電子像を生成するのに用いられて良い。他方明視野電子310は、アパーチャ324を通過して電子分散系(プリズム)322へ向かう。明視野電子310は、「扇状に広がる(fanned out)」ことで、エネルギー分解分布352,350,356となる。調節可能なアパーチャプレート328Uと328Lは、この分布の中心部350を貫通させる一方で、端部352と356を阻止することを可能にする。端部352は相対的に低いエネルギー損失を受ける電子を有する。相対的に低いエネルギー損失を受ける電子は、明視野電子像を生成するように、検出器の構成340と342によって収集されうる。他方、中心部350は光学系332内を進行する。光学系332は、電子ビーム330を、そのエネルギーに依存して検出器334上の様々な位置へ導く。このようにしてEELSスペクトル情報が得られる。

【0043】

上述したように、EELSがスペクトル検出に用いられるとき、図1のTEMはSTEMモードで用いられて良い。

【0044】

次の実施例は、どのようにして本発明による方法の具体例が作用しうるのかを説明する。

【実施例1】

【0045】

この実施例では、走査モードで動作するように構成された図1のTEM(STEM)が用いられる。本発明による方法の特別例は以下の段階を有する。

(a) 第1組の傾斜値 S_1 が選ばれる。第1組の傾斜値 S_1 はたとえば -50° から 1° ずつ $+50^\circ$ まで増やした101個の傾斜値の組であって良い。この組 S_1 の各傾斜は、図1の試料ホルダ112を適切に作動させることによって実現されうる(試料ホルダ112上には適切な薄さの試料が載置される)。

(b) 第2組の傾斜値 S_2 が選ばれる。この特別な場合では、 S_2 は S_1 の部分集合である。つまりある傾斜値は S_1 でも S_2 でも生じ、他の値は S_1 でしか生じない。しかし上述のように、この S_2 の特別な実施例は純粋に任意であり、他の可能性(たとえば $S_1=S_2$)も考えられ得る。

(c) S_1 の構成要素である各傾斜値について、試料表面にわたってラスタパターンを描くように電子ビームが走査され、かつ、検出器151上に試料の像が生成される。この像は記憶される。このようにして、像の(サイノグラムの)組が得られる。

(d) 所与の傾斜値が S_2 の構成要素でもある場合、試料表面にわたってラスタパターンを描くように電子ビームが走査運動する間、再度その傾斜値での試料のスペクトルマップも得られる。このスペクトルマップを(c)での像生成と同時に取得することは効率的である。とはいえこのことは厳密に要求されている訳ではない。このようにして、スペクトルマップの(サイノグラムの)一団が取得される。これらのスペクトルマップは、たとえばEDX、EELS、EFTEM等の方法を用いることによって取得されて良い。

(e) 段階(d)からのスペクトルマップが対応する元素マップに変換される。

(f) 必要な場合、(c)におけるサイノグラムからのある元素と(e)におけるサイノグラムからのある元素とを混合させることによる「ハイブリッド」サイノグラムが生成されて良い。

(g) 段階(c)と(e)から生じるサイノグラム(あるいは任意の段階(f)から生じる「ハイブ

10

20

30

40

50

リッド」サイノグラム)に数学的再構成アルゴリズムが実行される。

【0046】

段階(c)と(d)に関しては、本発明全体に関する一般的なコメントとして、 S_2 の各構成要素(スペクトルマップ)に係る測定/滞在時間は、 S_1 の各構成要素(像)に係る測定/滞在時間と同一である必要がないことに留意して欲しい。たとえば以下のような場合が考えられ得る。

- 像だけが特定の傾斜値で生成される必要がある場合、これは、相対的に短い測定/滞在時間で行われて良い。
- 他方、スペクトルマップが特定の傾斜値で取得されなければならない場合、たとえばより良好な信号対雑音比を保証するように、長い測定/滞在時間が選ばれて良い。

10

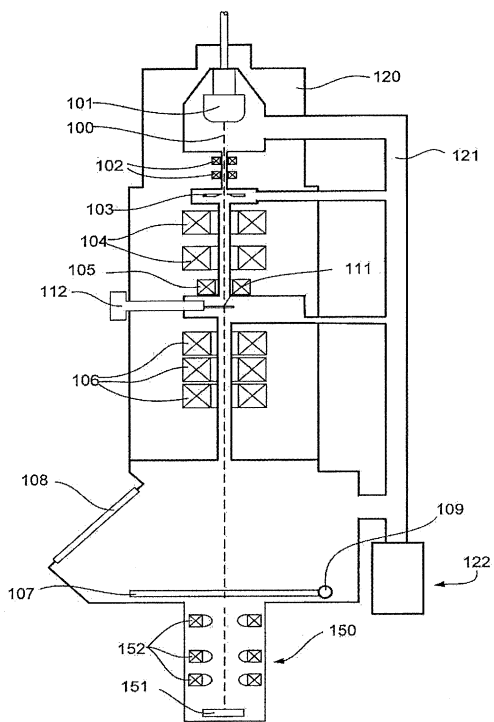
【符号の説明】

【0047】

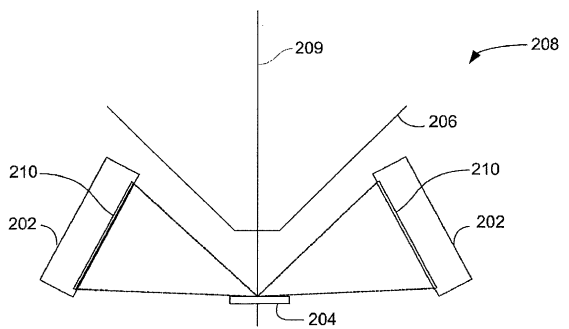
100	粒子光学軸(結像軸)	
101	電子銃	
102	偏向器	
103	アパーチャ(ダイアフラム)	
104	磁気レンズ	
105	最終収束レンズ	
106	投影系	
107	蛍光スクリーン	20
108	窓	
109	蝶番	
111	物体面	
112	試料ホルダ	
120	真空筐体	
121	管	
122	真空ポンプ	
151	1次検出器	
152	偏向器	
202	検出器	30
204	試料	
206	ポールピース	
208	CPM	
209	粒子光学軸	
210	活性領域	
300	STEM	
302	電子源	
304	照射系	
306	試料	
308	投影系	40
310	明視野電子	
312	散乱電子	
318	ADF検出器の構成	
220	ADF検出器の構成	
322	電子分散系(プリズム)	
324	アパーチャ	
330	電子ビーム	
332	光学系	
334	検出器	
340	検出器の構成	50

342 検出器の構成

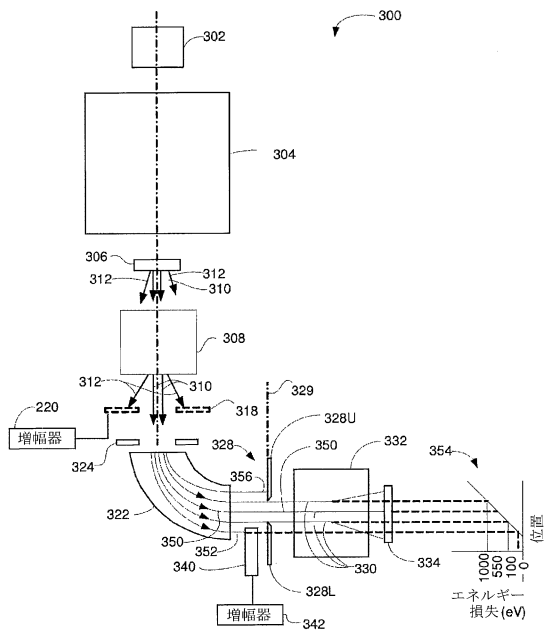
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
G 0 1 N 23/225 (2006.01) G 0 1 N 23/04 3 2 0
 G 0 1 N 23/225 3 1 0
 G 0 1 N 23/225 3 1 2

(72)発明者 デイビット フォード
 アメリカ合衆国, 97229 オレゴン州, ポートランド, ノースウエスト チップモンク レ
 ーン 11826

(72)発明者 レムコ ショエンマケルス
 オランダ国, 5685 ハーエー ベスト, クーフェルデン 17

審査官 杉田 翠

(56)参考文献 特開2011-090973(JP,A)
 特開2001-307672(JP,A)
 特表2005-538344(JP,A)
 特開2005-058428(JP,A)
 特開2005-106703(JP,A)
 Ileana Florea et al., 3D Analysis of the Morphology and Spatial Distribution of Nitrogen in Nitrogen-Doped Carbon Nanotubes by Energy-Filtered Transmission Electron Microscopy Tomography, Journal of the American Chemical Society, 2012年 5月22日, Vol. 134, pp.9672-9680
 Mehrsima Abdoli et al., Metal artifact reduction strategies for improved attenuation correction in hybrid PET/CT imaging, Medical Physics, 2012年 6月, Vol.39, No.6, p.3343-3360

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
 A 6 1 B 6 / 0 0 - 6 / 1 4
 G 0 1 B 1 5 / 0 0 - 1 5 / 0 8
 G 0 1 N 2 3 / 0 0 - 2 3 / 2 2 7
 G 0 1 T 1 / 0 0 - 7 / 1 2
 H 0 1 J 3 7 / 0 0 - 3 7 / 0 2
 3 7 / 0 5
 3 7 / 0 9 - 3 7 / 1 8
 3 7 / 2 1 - 3 7 / 2 4 4
 3 7 / 2 5 2 - 3 7 / 2 9 5
 H 0 1 L 2 1 / 6 4 - 2 1 / 6 6
 J S T P l u s (J D r e a m I I I)
 J S T 7 5 8 0 (J D r e a m I I I)
 G o o g l e S c h o l a r